

## СРАВНИТЕЛЬНЫЕ НАБЛЮДЕНИЯ МЕТОДАМИ СПЕКТРАЛЬНОЙ ЭЛЛИПСОМЕТРИИ И ДИФРАКЦИИ ОТРАЖЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ АМОРФНОГО КРЕМНИЯ, ОБЛУЧЕННОГО НИЗКИМИ ДОЗАМИ ИОНОВ СЕРЕБРА

В.В. Базаров<sup>1)</sup>, В.И. Нуждин<sup>1)</sup>, В.В. Валеев<sup>1)</sup>, В.В. Воробьев<sup>2)</sup>, Ю.Н. Осин<sup>2)</sup>, А.Л. Степанов<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Казанский физико-технический институт им Е.К. Завойского Казанского научного центра Российской академии наук, Сибирский тракт 10/7, Казань, 420029, Россия

<sup>2)</sup>Междисциплинарный центр Аналитическая микроскопия Казанского (Приволжского) федерального университета, Кремлевская 18, Казань, 420008, Россия  
[vbazarov1@gmail.com](mailto:vbazarov1@gmail.com), [nuzhdin@kfti.knc.ru](mailto:nuzhdin@kfti.knc.ru), [valeev@kfti.knc.ru](mailto:valeev@kfti.knc.ru),  
[slavik.ksu@mail.ru](mailto:slavik.ksu@mail.ru), [osin@gmail.com](mailto:osin@gmail.com), [aanstep@gmail.com](mailto:aanstep@gmail.com)

Представлены результаты исследований методами спектральной эллипсометрии (СЭ) и дифракции отраженных электронов (ДОЭ) аморфного кремния ( $\alpha$ -Si), сформированного на поверхности монокристаллических подложек ( $c$ -Si) низкодозовой и низкоэнергетической имплантацией ионов серебра. Имплантация проводилась с энергией 30 кэВ и плотностью ионного тока в пучке 2 мкА/см<sup>2</sup> в интервале доз ( $6.24 \times 10^{12}$ – $1.3 \times 10^{16}$ ) ион/см<sup>2</sup> при комнатной температуре облучаемых подложек. Для двух доз имплантации,  $6.24 \times 10^{13}$  и  $1.87 \times 10^{14}$  ион/см<sup>2</sup>, были проведены облучения с различными плотностями ионного тока от 0.1 до 5 мкА/см<sup>2</sup>. Показано, что спектральная эллипсометрия является точным и надежным методом контроля технологического процесса низкодозной ионной имплантации.

### Введение

Как известно, пористый кремний обладает уникальными физическими и химическими свойствами, которые определяются сетью наноразмерных пор в кристаллической матрице и развитой внутренней поверхностью этих пор. К настоящему моменту известно, что одним из перспективных способов формирования пористого кремния является метод высокодозной низкоэнергетической ионной имплантации [1]. При этом очевидно, что процессы зарождения и роста пор в кремнии при его облучении сопровождаются процессом аморфизации, который начинается непосредственно с момента начала имплантации. Как было показано ранее на примере наблюдений кремния, имплантированного ионами кобальта [2], одним из наиболее информативных методов для исследования частично аморфизованных слоев является метод спектральной эллипсометрии. В настоящей работе приводятся новые результаты эллипсометрического анализа поверхности кремния, облученного ионами серебра при малых дозах имплантации, и проведено сравнение полученных данных с прямыми наблюдениями кристаллической структуры кремния по методу ДОЭ [3].

### Эксперимент

Объектами экспериментов служили монокристаллические (100) пластины кремния, имплантированные ионами серебра с энергией 30 кэВ в интервале доз ( $6.24 \times 10^{12}$ – $1.3 \times 10^{16}$ ) ион/см<sup>2</sup> при комнатной температуре облучаемых подложек. Плотность тока в ионном пучке составляла 2 мкА/см<sup>2</sup>.

Измерения проводились на спектральном эллипсометре «ES-2» (разработка и изготовление ИРЭ РАН) с бинарной модуляцией состояния поляризации в диапазоне длин волн 380–1050 нм, спектральное разрешение 6 нм, шаг 10 нм, угол падения  $\phi=70^\circ$ . В расчетную модель образца

вводятся библиотечные данные зависимостей  $n(\lambda)$  и  $k(\lambda)$  материала слоя, предполагаемая толщина слоя, которые используются для моделирования эллипсометрических углов  $\psi_{th}(\lambda)$  и  $\Delta_{th}(\lambda)$  и их сравнения с экспериментальными значениями  $\psi_{exp}(\lambda)$  и  $\Delta_{exp}(\lambda)$ . При наличии в исследуемом слое 2-х веществ, отличающихся оптическими константами (например, аморфный и кристаллический кремний), показатели преломления и поглощения композиционной среды вычисляются для их долевого содержания с учетом факторов заполнения в соответствии с приближением эффективной среды.

Структурные кристаллографические данные, полученные методом ДОЭ (или EBSD – electron backscattered diffraction) были выполнены на высокоразрешающем сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Merlin (Carl Zeiss) в Междисциплинарном центре «Аналитическая микроскопия» Казанского федерального университета. В качестве детектора ДОЭ использовался NordLys HKL (Oxford Instruments).

При проведении измерений ДОЭ были использованы следующие режимы работы электронного микроскопа: ускоряющее напряжение падающих на образец электронов 20 кэВ, зондовый ток 600 пА, рабочее расстояние между объективной линзой и поверхностью образца 9.6 мм. Для достижения оптимальных условий эксперимента и сбора максимума отраженных электронов на детекторе ДОЭ образец устанавливался под углом  $70^\circ$  относительно нормали падающего потока зондирующих электронов. Анализ ДОЭ-картины проводился с помощью компьютерной программы Aztec 2.1.

### Результаты и их обсуждение

В силу специфических особенностей метода ионной имплантации распределение имплантированных ионов в облучаемом материале неоднородно по глубине. С помощью компьютерной

программы SRIM-2011 ([www.srim.org](http://www.srim.org)) было установлено, что в начальный период облучения в приповерхностной области кремния происходит накопление атомов серебра с максимумом статистического распределения концентрации по гауссовой кривой на глубине  $R_p \sim 23.4$  нм, а разброс пробега ионов от  $R_p$  составляет  $\Delta R_p \sim 7.1$  нм.

Для исследования имплантированного кремния методом эллипсометрии была выбрана оптическая модель изотропной гетерогенной плёнки из смеси кристаллического и аморфного кремния на изотропной подложке из кристаллического кремния. Переменными параметрами в рамках данной модели были толщина имплантированного слоя, толщина естественного слоя окисла кремния на поверхности кремниевой пластины и фактор заполнения аморфного кремния. Расчетные спектры  $\psi_{th}$  и  $\Delta_{th}$ , полученные варьированием толщины пленки и фактора заполнения, сопоставлялись с экспериментальными спектрами  $\psi_{exp}$  и  $\Delta_{exp}$ . Критериями качества подгонки реалистичных спектров считались совпадение экспериментальных и моделируемых спектров и минимальное значение функции ошибки в подгоночной программе.

Совокупные результаты измерений и расчетов для кремниевых пластин, имплантированных различными дозами ионов серебра, представлены на рис. 1.

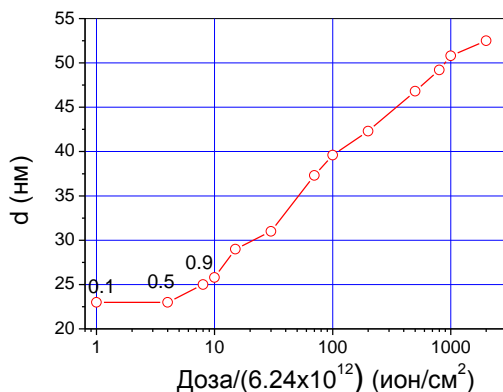


Рис. 1. Зависимость толщины аморфизованного слоя кремния от дозы имплантации ионов серебра по данным СЭ. Над символами указаны факторы заполнения аморфной фазы кремния.

Из рисунка видно, что в интервале доз имплантации от 0 до  $6.24 \times 10^{13}$  ион/см<sup>2</sup> происходит постепенное увеличение процентного содержания аморфизованного кремния в приповерхностном слое толщиной  $\sim 23$ –25 нм до состояния полной аморфизации. При дальнейшем увеличении дозы имплантации толщина слоя, подвергнутого полной аморфизации, увеличивается до  $\sim 55$  нм при дозе имплантации  $6.24 \times 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup>, что хорошо соответствует результатам расчетов в программе SRIM-2011.

На рис. 2 представлены результаты СЭ для кремниевых пластин, имплантированных с различной плотностью ионного тока при двух фиксированных дозах имплантации ионов серебра:  $6.24 \times 10^{13}$  и  $1.87 \times 10^{14}$  ион/см<sup>2</sup>.

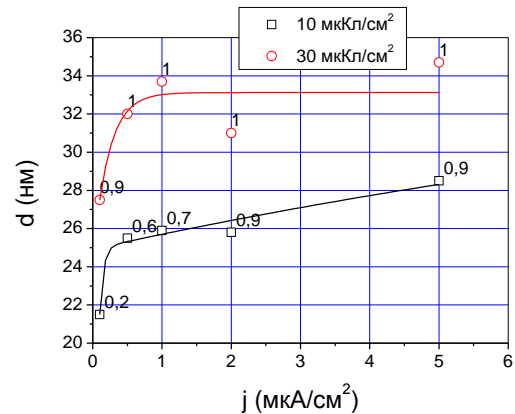


Рис. 2. Зависимость толщины аморфизованного слоя кремния от плотности ионного тока для двух доз имплантации ионов серебра по данным СЭ. Рядом с символами указаны факторы заполнения аморфной фазы кремния.

Видно, что увеличение плотности ионного тока ведет к снижению дозы аморфизации кремния, как это было отмечено и в [4].

На рис. 3 а-г представлены ДОО-картины от образцов кремния, имплантированных в интервале доз от 0 до  $6.3 \times 10^{13}$  ион/см<sup>2</sup>, соответствующих анализируемым эллипсометрией. Как видно из рисунков, ДОО-картины содержат линии Кикучи, отражающие кристаллическую структуру (100), а на ряде изображений дифракции присутствуют диффузные кольца — признак присутствия аморфного кремния. Очевидно, что наблюдаемое размытие и исчезновение линий Кикучи с ростом дозы ионной имплантации отражает факт последовательного разрушения кристаллической структуры поверхностного слоя кремния вплоть до полной его аморфизации. При дозе  $6.3 \times 10^{13}$  ион/см<sup>2</sup>, соответствующей практически полной аморфизации кремния по данным эллипсометрии (фактор заполнения аморфной фазы 0.9), на ДОО-картине линии Кикучи отсутствуют (рис. 3 г).

## Закключение

Таким образом, в данной работе методами спектральной эллипсометрии и ДОО осуществлен сравнительный структурный анализ поверхностных слоев кремния. В частности, показано, что при дозе имплантации  $6.24 \times 10^{13}$  ион/см<sup>2</sup> на поверхности кремния образуется аморфный слой толщиной  $\sim 25$  нм. При дальнейшем увеличении дозы облучения до  $6.24 \times 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup> происходит увеличение толщины аморфного слоя до  $\sim 55$  нм. Приведенные примеры демонстрируют эффективность совместного использования методик СЭ и ДОО для характеристики имплантированных образцов.

Работа выполнена при финансировании проектом РФФИ № 13-02-12012\_офи и УМНИК.

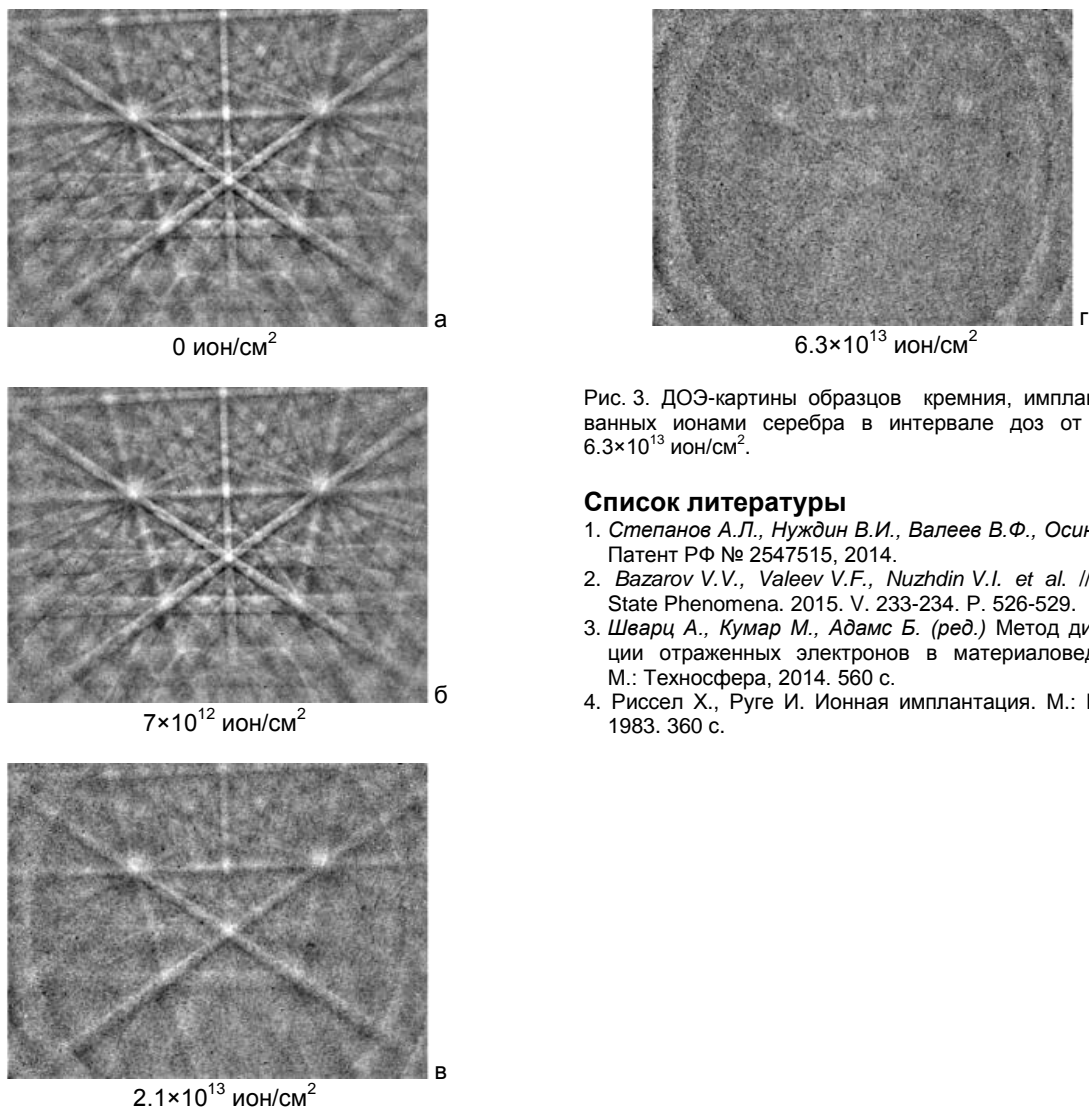


Рис. 3. ДОЭ-картины образцов кремния, имплантированных ионами серебра в интервале доз от 0 до  $6.3 \times 10^{13}$  ион/см<sup>2</sup>.

#### Список литературы

1. Степанов А.Л., Нуждин В.И., Валеев В.Ф., Осин Ю.Н. Патент РФ № 2547515, 2014.
2. Bazarov V.V., Valeev V.F., Nuzhdin V.I. et al. // Solid State Phenomena. 2015. V. 233-234. P. 526-529.
3. Шварц А., Кумар М., Адамс Б. (ред.) Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении. М.: Техносфера, 2014. 560 с.
4. Риссел Х., Руге И. Ионная имплантация. М.: Наука, 1983. 360 с.

### COMPARATIVE OBSERVATION OF SILICON AMORPHIZATION UNDER LOW FLUENCE SILVER IONS IMPLANTATION BY SPECTROSCOPIC ELLIPSOMETRY AND ELECTRON BACKSCATTERED DIFFRACTION

Valery Bazarov<sup>1</sup>), Vladimir Nuzhdin<sup>1</sup>), Valery Valeev<sup>1</sup>), Viacheslav Vorobev<sup>2</sup>), Yury Osin<sup>2</sup>), Andrey Stepanov<sup>1</sup>)

<sup>1</sup>)Kazan Physical-Technical Institute of Russian Academy of Sciences, Sibirsky Trakt 10/7, Kazan, 420029, Russia

<sup>2</sup>)Kazan Federal University, Kremlevskaya 18, Kazan, 420008, Russia  
vbazarov1@gmail.com, nuzhdin@kfti.knc.ru, valeev@kfti.knc.ru,  
slavik.ksu@mail.ru, osin@gmail.com, aanstep@gmail.com

The results of studies by spectroscopic ellipsometry and electron backscattered diffraction of amorphized silicon (a-Si) subjected to low-energy implantation of silver ions are presented. Implantation was carried out with an energy of 30 keV at a fluence range ( $6.24 \times 10^{12}$ - $1.3 \times 10^{16}$ ) ions/cm<sup>2</sup> and the current density of 2  $\mu$ A/cm<sup>2</sup> at room temperature of the irradiated substrate Si. For the two-implantation fluencies of  $6.24 \times 10^{13}$  and  $1.87 \times 10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup> irradiation were carried out with various ion current densities ranged from 0.1 to 5  $\mu$ A/cm<sup>2</sup>. It is shown that the spectral ellipsometry are accurate and reliable method for low-fluence ion implantation process monitoring.